



REKRISTALISASI GARAM RAKYAT DARI DAERAH DEMAK UNTUK MENCAPAI SNI GARAM INDUSTRI

Agustina Leokristi Rositawati, Citra Metasari Taslim, Danny Soetrisnanto^{*)}

Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058

Abstrak

Garam seperti yang kita kenal sehari-hari dapat didefinisikan sebagai suatu kumpulan senyawa kimia yang bagian utamanya adalah Natrium Klorida (NaCl) dengan zat-zat pengotor terdiri dari CaSO_4 , MgSO_4 , MgCl_2 dan lain-lain. Namun untuk mendapatkan garam industri dari garam krosok tidak dapat diperoleh hanya dengan jalan pencucian garam saja. Hal ini karena impuritas pada garam krosok ada di dalam kisi kristal garam bukan hanya pada permukaan kristal garam saja, sehingga perlu dilakukan pemurnian garam krosok dengan jalan rekristalisasi. Dalam penelitian ini akan digunakan garam krosok lokal kualitas II dari daerah Demak. Penelitian ini dibatasi pada upaya peningkatan kadar garam krosok dari Demak agar dapat memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI 06-0303-1989). Berat garam krosok sebagai variabel tetap. Non preparasi dan preparasi (penambahan Na_2CO_3 , NaOH, dan PAC) serta waktu kristalisasi (1; 1,5; 2 dan 2,5 jam) sebagai variabel berubah. Kadar pengotor dan kadar NaCl dihitung sebelum dan sesudah perlakuan kristalisasi. Kadar Ca, Mg dan Na ditentukan menggunakan AAS. Hasil penelitian menunjukkan Kadar NaCl terbaik diperoleh pada garam hasil rekristalisasi disertai preparasi dengan waktu kristalisasi 1,5 jam, dengan kadar 393044,234 ppm (99,969 %). Kadar ini telah memenuhi SNI 06-0303-1989 sebesar (98.5% d.b).

Kata kunci: Rekristalisasi, NaCl, Demak, Pemurnian.

Abstract

Salt as we known can be defined as chemicals compound which the main part is Sodium Chloride (NaCl) with impurity substances consist of CaSO_4 , MgSO_4 , MgCl_2 , and others. But to get good quality salt from the raw salt can't be obtained only by washing raw salt. This is caused by the fact that impurities not just only on the surface of crystals salt but also in the crystal lattice salt, so that needs to be purified by recrystallization. This research will use local raw salt 2nd quality from Demak. In this research will be limited in efforts to increase the quality of salt to fullest the Indonesian National Standard (SNI 06-0303-1989) by recrystallization method. Weight of raw salt used as fixed variable. Non-preparation and preparation (addition of Na_2CO_3 , NaOH, and PAC) and crystallization time (1, 1.5, 2 and 2.5 hours) used as change variables. Impurity content and NaCl concentration was calculated before and after crystallization treatment. Concentration of Ca, Mg and Na ions was determined using AAS. Best recrystallization results of NaCl salt concentration is obtained at crystallization with preparation in 1.5 hours, concentration 393,044.234 ppm (99.969%), which complied to SNI 06-0303-1989 (98.5% db).

Keywords: Recrystallization, NaCl, Demak, Purification

1. Pendahuluan

Garam seperti yang kita kenal sehari-hari dapat didefinisikan sebagai suatu kumpulan senyawa kimia yang bagian utamanya adalah Natrium Klorida (NaCl) dengan zat-zat pengotor terdiri dari CaSO_4 , MgSO_4 , MgCl_2 dan lain-lain (Marihati dan Muryati, 2008). Garam dapat diperoleh dengan tiga cara, yaitu penguapan air laut dengan sinar matahari, penambangan batuan garam (*rock salt*) dan dari sumur air garam (*brine*). Garam hasil tambang berbeda-beda dalam komposisinya. Tergantung pada lokasi, namun biasanya mengandung lebih dari 95% NaCl. Proses produksi garam di Indonesia, pada umumnya dilakukan dengan metode penguapan air laut dengan bantuan sinar matahari.

Indonesia berpotensi untuk menjadi penghasil garam, karena Indonesia memiliki garis pantai yang cukup luas, namun potensi ini tidak diimbangi dengan peningkatan jumlah dan mutu produksi garam di Indonesia. Menurut Djoko Wilarso mutu hasil produksi garam konsumsi yang dihasilkan pabrik-pabrik masih banyak yang belum memenuhi standar dilihat dari kadar NaCl nya. Hal ini disebabkan oleh kondisi bahan baku yang sangat

^{*)}danny@undip.ac.id



rendah mutunya, proses *refining* yang tidak memenuhi syarat serta sistem pengelolaan pabrik yang kurang profesional hal ini dapat dimaklumi karena industri garam ini masih dalam skala kecil. Kualitas garam yang dikelola secara tradisional pada umumnya harus diolah kembali untuk dijadikan garam konsumsi maupun untuk garam industri.

Pembuatan garam dapat dilakukan dengan beberapa kategori berdasarkan perbedaan kandungan NaCl nya sebagai unsur utama garam. Yaitu, penguapan dengan tenaga sinar matahari di ladang pembuatan garam, penguapan dengan tenaga panas bahan bakar dalam suatu *evaporator* dan kristalisasi garamnya dalam suatu *crystallizer*, pemisahan elektrokimia larutan garam dengan proses elektrolisa kemudian kristalisasi dengan *crystallizer*.

Sebagai negara tropis, pembuatan garam di Indonesia dilakukan dengan cara penguapan air laut dengan memanfaatkan sinar matahari. Ini merupakan proses yang paling mudah dikerjakan dan biaya operasionalnya paling rendah. Yang perlu diperhitungkan adalah penggunaan lahan yang cukup luas dan faktor-faktor yang mempengaruhinya, salah satunya laju penguapan. Laju penguapan ini sangat tergantung pada kelembaban udara, kecepatan angin, dan laju energi matahari yang terabsorpsi. Cara ini merupakan cara yang paling populer untuk pembuatan garam atau biasa disebut dengan *solar evaporation* (Djoko Wilarsodan Wahyuningsih, 1995).

Proses pengerjaan pembuatan garam dilakukan pada musim kemarau, dimana lahan penguapan (pemilihan) dialiri air laut dengan menggunakan pompa. Di lahan ini air laut diuapkan sehingga menjadi air tua. Air tua dialirkan ke meja kristalisasi dimana nantinya garam akan mengkristal. Mutu garam dikendalikan dengan cara membuang atau memisahkan *bitern*, yaitu hanya mengkristalkan garam pada kepekatan 25⁰ sampai maksimal 30⁰Be. Kristal garam yang dipanen diangkut dan dibawa ke gudang penyimpanan. Proses dapat dilanjutkan dengan pencucian ataupun dapat langsung dijual sebagai garam curai. Garam yang dihasilkan berupa kristal putih yang selain mengandung NaCl juga mengandung garam-garam lain yang merupakan impuritas. Pada waktu proses pengkristalan air laut dialirkan ke tambak-tambak, selanjutnya untuk menguapkan airnya akan terjadi pemekatan air laut secara bertahap.

Garam yang dibuat dengan cara penguapan air laut, dari meja kristalisasi di ladang-ladang penggaraman merupakan garam kasar (*crude salt*). Secara teoritis, garam yang berasal dari penguapan air laut mempunyai kadar NaCl 97% lebih (maksimum 97,78% *drybasis*), akan tetapi dalam praktek umumnya lebih rendah (Djoko Wilarsodan Wahyuningsih, 1995). Hal tersebut disebabkan kualitas air laut, cara pembuatan, dan hal lain yang mempengaruhi kristalisasi garam.

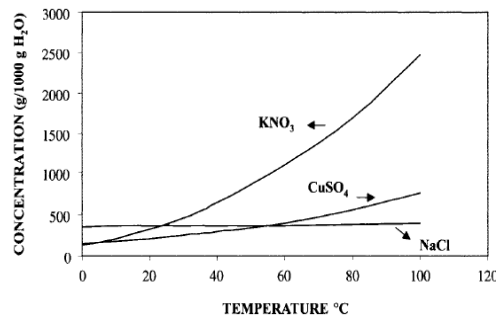
Garam terbagi atas garam konsumsi dan garam industri. Garam konsumsi terbagi atas garam meja dan garam dapur. Perbedaan keduanya terletak pada kadar NaClnya dan spesifikasi mutu. Untuk garam industri, penggunaannya dapat dilihat pada industri soda elektrolisis dan industri perminyakan.

Penelitian tentang pembuatan garam industri yang sesuai dengan SNI telah dilakukan, antara lain rekayasa alat purifikasi garam rakyat menjadi garam industri dengan metode pencucian oleh Marihati dkk. (2001). Secara keseluruhan diperoleh hasil yaitu perbaikan kualitas garam dari garam krosok atau garam rakyat menjadi garam murni dengan metode pencucian didapatkan konsentrasi NaCl mengalami peningkatan rata-rata 5,3%. Metode pencucian garam hanya mencuci garam dengan larutan garam yang bersih sehingga impuritas di permukaan garam krosok dapat terpisah.

Namun untuk mendapatkan garam industri dari garam krosok tidak dapat diperoleh hanya dengan jalan pencucian garam saja. Hal ini karena impuritas pada garam krosok ada di dalam kisi kristal garam bukan hanya pada permukaan kristal garam saja, sehingga perlu dilakukan pemurnian garam krosok dengan jalan rekristalisasi.

Rekristalisasi adalah teknik pemurnian suatu zat padat dari campuran atau pengotornya yang dilakukan dengan cara mengkristalkan kembali zat tersebut setelah dilarutkan dalam pelarut (*solven*) yang sesuai atau cocok. Ada beberapa syarat agar suatu pelarut dapat digunakan dalam proses kristalisasi yaitu memberikan perbedaan daya larut yang cukup besar antara zat yang dimurnikan dengan zat pengotor, tidak meninggalkan zat pengotor pada kristal, dan mudah dipisahkan dari kristalnya.

Dalam kasus pemurnian garam NaCl dengan teknik rekristalisasi pelarut (*solven*) yang digunakan adalah air. Prinsip dasar dari rekristalisasi adalah perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan kelarutan zat pencampur atau pencemarnya. Larutan yang terbentuk dipisahkan satu sama lain, kemudian larutan zat yang diinginkan dikristalkan dengan cara menjenuhkannya (mencapai kondisi supersaturasi atau larutan lewat jenuh). Secara teoritis ada 4 metoda untuk menciptakan supersaturasi dengan mengubah temperatur, menguapkan *solven*, reaksi kimia, dan mengubah komposisi *solven*.



Gambar 1. Kelarutan KNO₃, CuSO₄, dan NaCl terhadap Temperatur

(Sumber : Mullin, 1972)

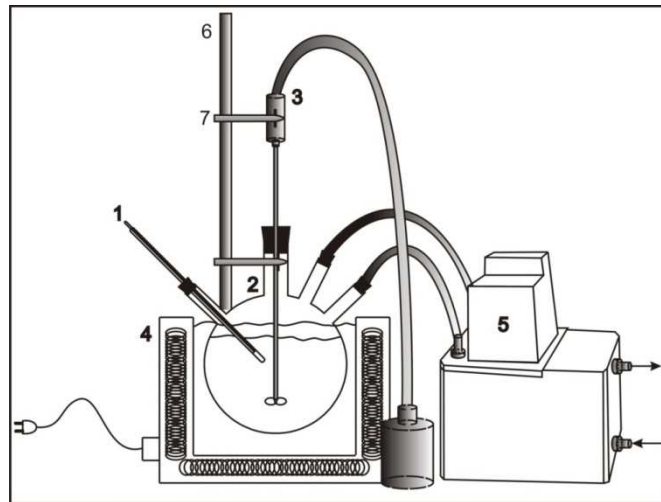
Dalam hal ini untuk kasus garam NaCl adalah tidak ekonomis bila digunakan cara perubahan temperatur karena kelarutan NaCl tidak dipengaruhi oleh suhu, hal ini terlihat dari grafik kelarutan NaCl hampir konstan antara suhu 0°C hingga 100°C. Sehingga untuk kasus NaCl pasti digunakan metoda penguapan *solven* (dalam hal ini adalah air).

Dalam penelitian ini akan digunakan garam krosok lokal kualitas II dari daerah Demak yang diperoleh dari salah satu distributor garam yang terletak di Semarang. Garam krosok ini akan direkristalisasi dengan cara melarutkan kembali garam krosok dengan air dilanjutkan dengan penghilangan impurtas kemudian dikristalkan kembali dengan penguapan *solven*, sehingga diharapkan mampu menghasilkan kadar NaCl yang lebih tinggi, tentu saja dengan kemurnian yang tinggi pula sehingga dapat sesuai dengan syarat SNI.

2. Bahan dan Metode Penelitian

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah garam krosok lokal kualitas II yang berasal dari petani garam dari daerah Demak dan akuades. Dalam penelitian ini digunakan variabel tetap adalah konsentrasi umpan larutan garam jenuh pada 30°C. Variabel berubah adalah non preparasi dan dengan preparasi serta waktu kristalisasi (1; 1,5; 2; 2,5) jam. Respon yang diamati adalah kemurnian garam yang diperoleh dari proses rekristalisasi yaitu pangamatan terhadap kadar NaCl pada garam, serta dilakukan analisa sekunder yaitu dengan analisa ayakan untuk mengetahui CSD (*Crystal Size Distribution*) garam hasil rekristalisasi.

Langkah pertama yang dilakukandalam penelitian ini adalah analisa bahan baku berupa analisa kadar Ca, Mg, dan NaCl dengan menggunakan AAS. Langkah kedua adalah preparasi umpan rekristalisasi. Dilakukan dengan cara membuat larutan garam krosok jenuh pada 30°C. Untuk sampel non preparasi hanya dilakukan penyaringan untuk memisahkan padatan. Sedangkan pada sampel dengan preparasi dilakukan penambahan Na₂CO₃ berdasarkan stoikiometri untuk mengendapkan ion Ca, NaOH hingga pH =12 untuk mengendapkan ion Mg dan koagulan PAC (*Poly Alumunium Chlorida*) 10 ppm untuk mengendapkan padatan tersuspensi, kemudian disaring. Untuk masing-masing sampel, baik non preparasi dan dengan preparasi langkah selanjutnya adalah proses rekristalisasi dengan pemanasan umpan rekristalisasi, atur kecepatan pengadukan, lakukan pemanasan untuk penguapan *solven* pada suhu operasi 90°C ambil *slurry* yang terbentuk, kemudian saring dengan menggunakan kertas saring dan saringan vakum. Setelah proses selesai, keringkan garam terbentuk dengan menggunakan oven dengan suhu 100°C selama 10 menit kemudian ditimbang, pengovenan diulangi hingga didapatkan berat kristal konstan. Langkah ketiga yaitu analisa produk yang meliputi analisa CSD dengan ayakan bertingkat dan analisa Ca, Mg, dan NaCl garam hasil rekristalisasi dengan menggunakan AAS.



Gambar 2. Rangkaian Alat Kristalisasi

Keterangan :

1. Thermometer
2. Labu Leher 4
3. Motor Pengaduk
4. Pemanas Listrik
5. Pompa Vakum/Pompa Respirator
6. Statif
7. Klem

3. Hasil dan Pembahasan

Tabel 1. Hasil Pengukuran Massa Kristal Hasil Kristalisasi

D Screen (mm)	Massa Kristal yang didapatkan (gr)							
	Non Preparasi				Dengan Preparasi			
	Waktu Kristalisasi (jam)				Waktu Kristalisasi (jam)			
	1	1,5	2	2,5	1	1,5	2	2,5
> 1	5,35	14,03	6,74	16,78	0,00	1,28	3,20	1,08
0,85 - 1	22,35	40,47	39,60	56,51	1,28	18,08	16,89	23,55
0,6-0,85	16,80	18,40	42,15	39,06	4,18	17,65	23,56	57,18
< 0,6	12,80	13,41	38,56	28,10	30,33	38,71	35,39	86,00
Total	57,30	86,31	127,05	140,45	35,79	75,72	79,04	167,81

Tabel 2. Hasil Pengukuran Kadar Ca, Mg dan Na dalam ppm

Waktu Kristalisasi (Jam)	Kadar dalam ppm					
	Non Preparasi			Dengan Preparasi		
	Ca	Mg	Na	Ca	Mg	Na
0	1610,913	3940,533	357602,042	1610,913	3940,533	357602,042
1	275,420	836,587	390510,206	39,140	447,040	391447,773
1,5	190,890	646,807	388316,329	20,950	22,853	393044,234
2	726,620	654,297	326887,754	18,970	30,093	393021,374
2,5	912,470	579,387	318112,246	112,530	222,270	392167,450

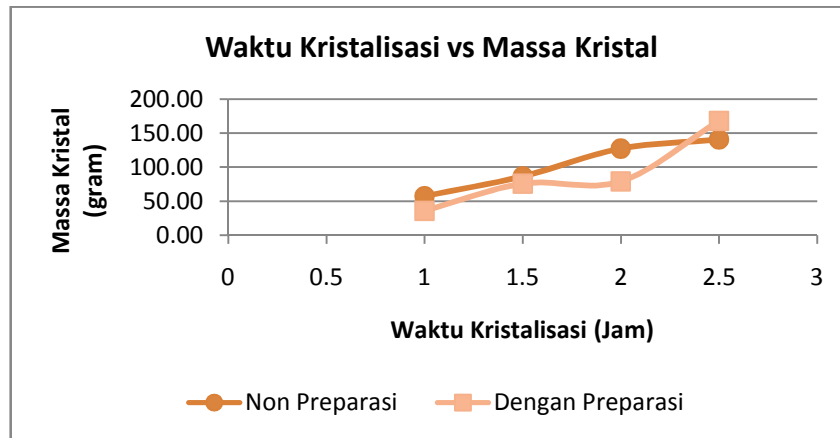
Tabel 3. Hasil Pengukuran Kadar Ca, Mg dan Na dalam %

Waktu Kristalisasi (Jam)	Kadar dalam %					
	Non Preparasi			Dengan Preparasi		
	Ca	Mg	NaCl	Ca	Mg	NaCl



0	0,161	0,394	90,955	0,161	0,394	90,955
1	0,028	0,084	99,325	0,004	0,045	99,571
1,5	0,019	0,065	98,767	0,002	0,002	99,969
2	0,073	0,065	83,143	0,002	0,003	99,964
2,5	0,091	0,058	80,911	0,011	0,022	99,746

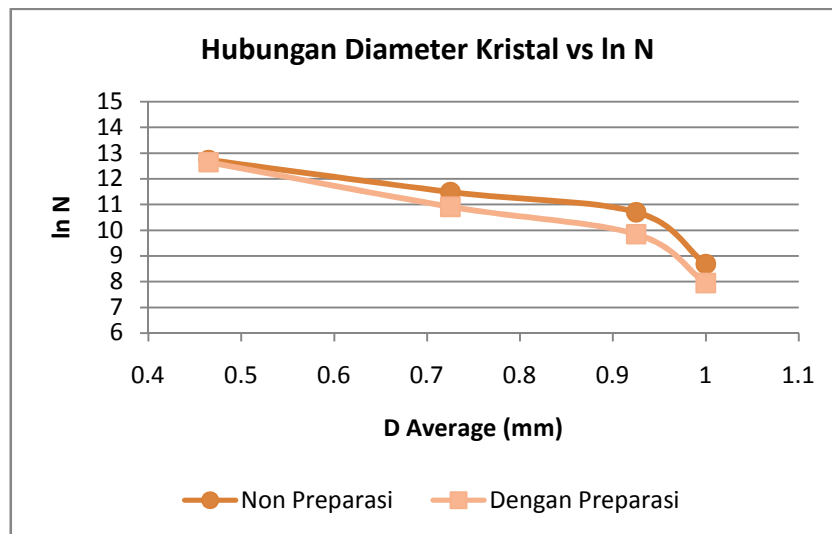
Hubungan Waktu Kristalisasi Dengan Massa Kristal



Gambar 3. Hubungan Waktu Kristalisasi Dengan Massa Kristal

Grafik di atas merupakan hubungan antara waktu kristalisasi dan massa kristal. Dari gambar grafik di atas semakin lama waktu kristalisasi, jumlah kristal garam yang dihasilkan akan semakin banyak. Kristalisasi beroperasi secara *batch*, dengan demikian semakin lama waktu kristalisasi akan semakin banyak *solven* (air) yang teruapkan, sehingga akan diperoleh kristal garam yang semakin banyak.

Analisa Distribusi Ukuran Kristal



Gambar 4. Hubungan Diameter Kristal dengan ln N

Grafik di atas merupakan hubungan antara diameter kristal dengan ln N. Dari grafik terlihat jumlah partikel kristal semakin banyak untuk diameter kristal yang lebih kecil. Hal ini sesuai dengan persamaan :

$$N = \frac{W \text{ total kristal}}{W \text{ 1 buah kristal}}$$

$$W \text{ 1 buah kristal} = \text{volume} \times \text{densitas garam}$$

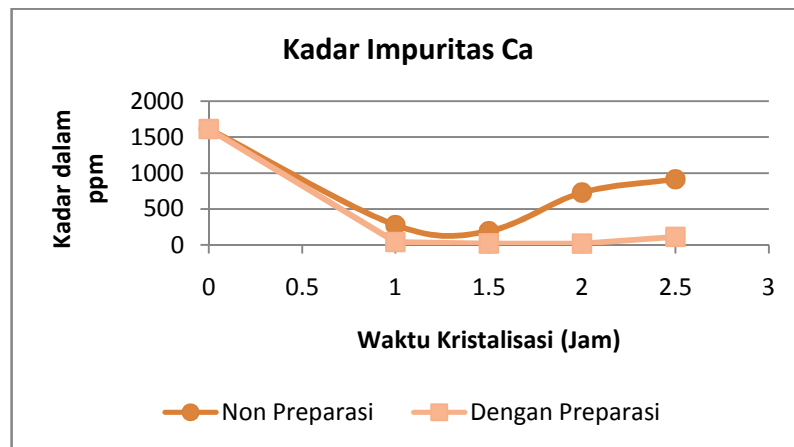
$$\text{Volume bola} = \frac{4}{3} \pi r^3$$

$$\text{Densitas garam} = 2,163 \text{ gr/cc}$$

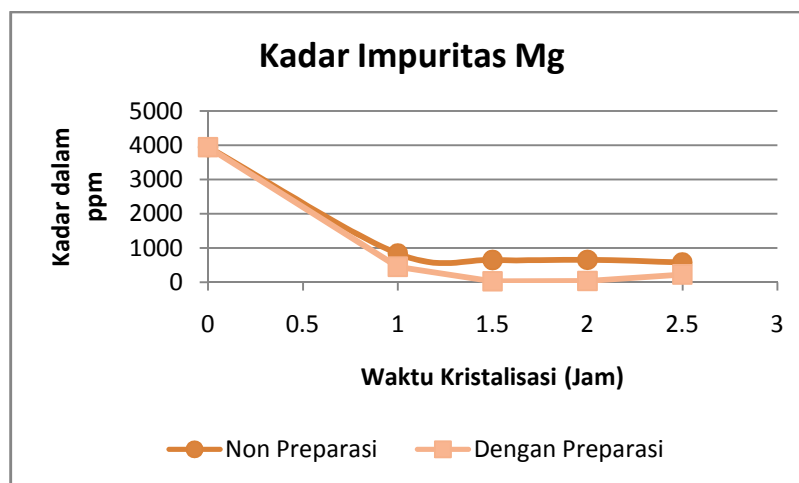
Dari persamaan diatas harga N berbanding terbalik dengan diameter partikel, sehingga jumlah kristal akan semakin banyak pada ukuran kristal yang lebih kecil. Kecenderungan distribusi yang diperoleh relatif konstan. Sehingga preparasi tidak mempengaruhi distribusi ukuran kristal.



Impuritas Ca dan Mg



Gambar 5. Hubungan Waktu Kristalisasi Dengan Kadar Impuritas Ca



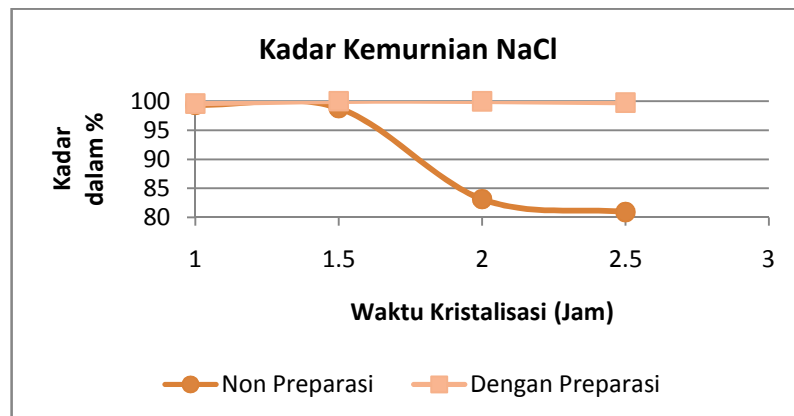
Gambar 6. Hubungan Waktu Kristalisasi dengan Kadar Impuritas Mg

Grafik di atas merupakan hubungan antara waktu kristalisasi dan kadar impuritas. Kadar impuritas Ca dan Mg mengalami kenaikan dari waktu ke waktu baik dengan preparasi maupun non preparasi. Kadar Ca dan Mg yang diperoleh dengan preparasi lebih kecil dibandingkan non preparasi. Pada sampel dengan preparasi dilakukan dengan penambahan Na_2CO_3 , koagulan PAC, dan NaOH sehingga hasil yang diperoleh lebih baik dari sampel non preparasi.

Peningkatan kadar Ca dan Mg di tiap peningkatan waktu kristalisasi terjadi karena sistem beroperasi secara *batch*. Dengan meningkatnya waktu kristalisasi, *solven* yang teruapkan semakin banyak dan terjadi pemekatan yang berpengaruh menaikkan konsentrasi Ca dan Mg dalam larutan, sehingga Ca dan Mg yang ikut terkristalkan (terperangkap dalam kristal) juga semakin banyak.

Menurut SNI 06-0303-1989 syarat mutu untuk garam Industri soda elektrolisis maksimal untuk Ca (0.1% *d.b*) dan Mg (0.06% *d.b*). Pada hasil yang diperoleh untuk sampel dengan preparasi telah memenuhi standar kualitas garam industri soda elektrolisis.

Hubungan Kadar NaCl Dengan Waktu Kristalisasi



Gambar 7. Hubungan Waktu Kristalisasi dengan Kadar NaCl

Grafik di atas merupakan hubungan antara waktu kristalisasi dengan kadar kemurnian NaCl. Hasil terbaik diperoleh pada garam hasil rekristalisasi disertai preparasi dengan waktu kristalisasi 1,5 jam, dengan kadar 393044,234 ppm (99,969 %). Secara umum kadar NaCl yang diperoleh pada garam dengan preparasi lebih baik dibanding garam non preparasi.

Preparasi yang dilakukan dengan penambahan Na_2CO_3 , NaOH dan PAC dapat menaikkan kadar kemurnian NaCl. Penambah PAC bertujuan untuk menghilangkan padatan tersuspensi, sedangkan Na_2CO_3 dan NaOH bertujuan untuk menghilangkan impuritas terlarut berupa ion Ca dan Mg.

Pada garam non preparasi kadar NaCl mengalami penurunan. Kadar NaCl yang menurun sesuai dengan kadar impuritas Ca & Mg yang semakin meningkat di dalam larutan pada waktu kristalisasi yang semakin lama karena kristalisasi dilakukan secara *batch*, sehingga semakin lama waktu kristalisasi semakin banyak impuritas yang akan terperangkap dalam kristal NaCl dan menurunkan kadar NaCl produk.

4. Kesimpulan

Kadar NaCl terbaik diperoleh pada garam hasil rekristalisasi disertai preparasi dengan waktu kristalisasi 1,5 jam, dengan kadar 393044,234 ppm (99,969 %). Kadar ini telah memenuhi SNI 06-0303-1989 sebesar (98.5% d.b).

Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada UD. Putra Bhakti Semarang, Ibu Marisa, Pak Murdiono, Pak Darto, Pak Djari, Pak Wisnu, Ibu Nur, Nurhidayati, Mulkiya Zikri, dan Etna Mayasari atas bantuannya dalam penelitian ini.

Daftar Pustaka

- J. W. Mullin. *Crystallization*. 1972. London: Butterworths.
- Marihati dan Muryati. 2008. *Pemisahan dan Pemanfaatan Bitern Sebagai Salah Satu Upaya Peningkatan Pendapatan Petani Garam*. Buletin Penelitian dan Pengembangan Industri No. 2/Vol. II/Februari. Semarang.
- Marihati, A., M. Soengkawati, S. Kartasanjaya, T. Sayekti. 2001. *Rekayasa Alat Purifikasi Garam Rakyat Pada Industri Kecil dan Menengah Untuk Konsumsi Garam Industri Pangan*. Semarang.
- Wiarso, D, dan Wahyuningsih. 1995. *Peningkatan Teknologi Proses Pengolahan Garam Rakyat Menjadi Garam Industri dengan Tenaga Surya*. Laporan Penelitian BPPI. Semarang.
- Wilarso, D. 1996. *Peningkatan Kadar NaCl Pada Proses Pencucian Garam Rakyat di Pabrik*. Buletin Penelitian dan Pengembangan Industri No. 21/Ags. Semarang.